

1/9/1

DIALOG(R) File 347:JAPIO

(c) 2002 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

03583552 **Image available**

TOTAL REFLECTING FLUORESCENT X-RAY ANALYZING INSTRUMENT

PUB. NO.: 03-246452 [JP 3246452 A]
PUBLISHED: November 01, 1991 (19911101)
INVENTOR(s): ARAI TOMOYA
APPLICANT(s): RIGAKU DENKI KOUGIYOU KK [360107] (A Japanese Company or
 Corporation), JP (Japan)
APPL. NO.: 02-044088 [JP 9044088]
FILED: February 23, 1990 (19900223)
INTL CLASS: [5] G01N-023/223
JAPIO CLASS: 46.2 (INSTRUMENTATION -- Testing)
JAPIO KEYWORD: R115 (X-RAY APPLICATIONS); R131 (INFORMATION PROCESSING --
 Microcomputers & Microprocessors)
JOURNAL: Section: P, Section No. 1305, Vol. 16, No. 39, Pg. 121,
 January 30, 1992 (19920130)

ABSTRACT

PURPOSE: To improve the accuracy of a sample surface by constituting the above instrument in such a manner that a turning device controls an actual incident angle to a prescribed value in accordance with the output from a reflected X-ray detector.

CONSTITUTION: An incident angle detecting means 21 detects the peak rotating angle at which the intensity of an X-ray B4 is maximized in accordance with the rotating angle signal α from a spectral angle detecting means 13 and the intensity signal of the reflected X-ray B4 while a spectral crystal 10 and the reflected X-ray detector 11 are rotated by driving a goniomeer 12. A computing means 22 compares a peak angle signal θ_n and the reference angle signal θ_0 from a reference angle setter 15 and outputs the incident angle signal d corresponding to the angle difference $\Delta\theta$ to a sample base controller 31. The controller 31 operates the turning device 32 by the angle $\Delta\alpha$ corresponding to the signal d to rotate the sample base 40 and a sample W, thereby setting the actual 1st incident angle α at a prescribed value. A fluorescent X-ray detector 60 and a multiple pulse height analyzer 61 start measurement and analysis by the start signal from the controller 31. The incident angle α of the primary X-ray B1 is maintained at a prescribed microangle in such a manner.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-246452

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)11月1日

G 01 N 23/223

7172-2 J

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 全反射蛍光X線分析装置

⑯ 特 願 平2-44088

⑰ 出 願 平2(1990)2月23日

⑱ 発 明 者 新 井 智 也 大阪府高槻市赤大路町14番8号 理学電機工業株式会社内

⑲ 出 願 人 理学電機工業株式会社 大阪府高槻市赤大路町14番8号

⑳ 代 理 人 弁理士 杉本 修司 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

全反射蛍光X線分析装置

2. 特許請求の範囲

①試料表面に一次X線を微小な入射角度で照射する照射装置と、上記一次X線を受けた試料からの蛍光X線を検出する蛍光X線検出器とを備え、この蛍光X線検出器での検出結果に基づいて上記蛍光X線を分析する全反射蛍光X線分析装置において、

上記一次X線が上記試料で全反射された反射X線を検出する反射X線検出器と、この反射X線検出器からの出力に基づいて上記入射角度を所定値に調節する入射角度調節手段とを備えたことを特徴とする全反射蛍光X線分析装置。

②試料表面に一次X線を微小な入射角度で照射する照射装置と、上記一次X線を受けた試料からの蛍光X線を検出する蛍光X線検出器とを備え、この蛍光X線検出器での検出結果に基づいて上記蛍光X線を分析する全反射蛍光X線分析装置にお

いて、

上記一次X線が上記試料で全反射された反射X線を受けて回折させる分光結晶およびこの分光結晶によって回折された反射X線を検出する反射X線検出器を備え、上記反射X線の分光結晶への入射角度が変わるように上記分光結晶および反射X線検出器を回動させるゴニオメータと、上記回動することにより生じる上記反射X線検出器の出力の変化に基づいて、試料への実際の入射角度を検知する入射角度検知手段と、この検知された入射角度と所定値との角度差を演算して出力する演算手段と、この演算手段からの出力に基づいて、上記試料が載置された試料台または上記照射装置の少なくとも一方を回動させることにより、実際の入射角度を上記所定値に設定する回動装置とを備えたことを特徴とする全反射蛍光X線分析装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、試料表面に一次X線を微小な入射角度で照射して、試料の表面層からの蛍光X線を

特開平3-246452(2)

分析する全反射蛍光X線分析装置に関するものである。

〔従来の技術〕

従来より、全反射蛍光X線分析装置は、たとえば、半導体のウェハに注入された不純物や、表面層に付着したステンレス粒子などの不純物を検出する装置として用いられている（たとえば、特開昭63-78056号公報参照）。この種の装置の一例を第5図に示す。

第5図において、X線源51から出た一次X線B1は、平行光学系52により平行光線にされた後、ウェハからなる試料Wの表面Wsに微小な入射角度 α （たとえば、 0.05° ）で照射される。入射した一次X線B1は、その一部が全反射されて反射X線B2となり、他の一部が試料Wを励起して、試料Wを構成する元素固有の蛍光X線B3を発生させる。蛍光X線B3は、試料表面Wsに対向して配置した蛍光X線検出器60に入射する。この入射した蛍光X線B3は、蛍光X線検出器60において、そのX線強度が検出された後、多重波高分析器61によって目的

度（所定値）に対し誤差が生じる。したがって、二点検線のように、実際の入射角度 α が大きい場合は、一次X線B1が試料Wの内部に進入して、測定対象でない内部の元素からの蛍光X線や散乱X線を発生させる結果、試料表面Wsの正確な分析が不可能になる。

他方、実際の入射角度 α が小さい場合は、試料表面Wsの電圧に過敏となって、やはり、分析が困難になる。

この発明は上記従来の問題に臨みてなされたもので、試料表面の分析精度を向上させることができる全反射蛍光X線分析装置を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

上記目的を達成するために、この出願の請求項(1)の発明は、反射X線検出器と入射角度調節手段とを備えていることを特徴とする。上記反射X線検出器は一次X線が試料で全反射された反射X線を検出する。上記入射角度調節手段は反射X線検出器からの出力に基づいて入射角度を所定値

とするX線スペクトルが得られる。

この種の全反射蛍光X線分析装置は、一次X線B1の入射角度 α が微小であることから、反射X線B2および散乱X線が蛍光X線検出器60に入射しにくく、蛍光X線検出器60により検出される蛍光X線B3の出力レベルに比べてノイズが小さいという利点がある。つまり、大きなS/N比が得られ、そのため、分析精度が良く、たとえば、微量の不純物でも検出できるという利点がある。

また、一次X線B1の入射角度 α が微小であることから、一次X線B1の大部分が試料Wの表面Ws層に達するのみで、試料Wの内部へは進入しにくい。したがって、試料Wの内部からは蛍光X線B3が発生しにくいので、試料表面Wsの分析精度が良いという利点を有する。

〔発明が解決しようとする課題〕

ところが、ウェハなどの試料表面Wsには、かなり平滑なものでも、第6図のように、ミクロ的には波うちや粗さがある。そのため、一次X線B1の実際の入射角度 α には、予め設定した入射角に調節する。

請求項(2)の発明は、分光結晶および反射X線検出器を有するゴニオメータと、入射角度検知手段と、演算手段と、回動装置とを備えていることを特徴とする。上記分光結晶は、一次X線が試料で全反射された反射X線を受けて回折させる。上記反射X線検出器は、分光結晶によって回折された反射X線を検出する。上記ゴニオメータは、上記反射X線の分光結晶への入射角度が変わるように上記分光結晶および反射X線検出器を回動させる。上記入射角度検知手段は、上記回動により生じる反射X線検出器の出力の変化に基づいて、試料への実際の入射角度を検知する。上記演算手段は、検知された入射角度と所定値との角度差を演算して出力する。上記回動装置は、演算手段からの出力に基づいて、試料が設置された試料台または上記照射装置の少なくとも一方を回動させることにより、実際の入射角度を上記所定値に設定する。

〔作用〕

この発明によれば、反射X線を検出した反射X

特開平3-246452(3)

線検出器からの出力に基づいて、入射角度調節手段または回転装置が、実際の入射角度を所定値に調節するので、試料表面の波うちや粗さに関わらず、一次X線の入射角度を微小な所定の角度に保つことができる。

〔実施例〕

以下、この発明の実施例を図面にしたがって説明する。

第1図ないし第3図はこの発明の第1の実施例を示す。

第1図において、照射装置50はX線源51と、ソーラスリットからなる平行光学系52とを備えている。X線源51から出射された一次X線81は、平行光学系52により平行光線にされて、試料Wに微小な第1の入射角度 α で照射される。

上記試料Wは、たとえばシリコン基板にひ素などの不純物を注入したウエハからなり、第2図のように、その表面W5に微小な波うちを有している。この試料Wは、第1図の試料台40に載置されている。試料台40は回転装置32に回転可能に取り付け

X線検出器11を回転させる。

上記ゴニオメータ12には、分光角度 2θ を、つまり分光結晶10の回転角の2倍の角度を検出する分光角検出手段13が搭載されている。この分光角検出手段13は、たとえばエンコーダからなり、分光結晶10が微小角度変化するごとに、回転角信号 a を出力する。

一方、上記反射X線検出器11の検出出力、つまり、反射X線84の強度は、強度信号 b としてパルスに変換されて計数手段14に出力される。この計数手段14は、上記回転角信号 a を受けたとき、微小角度ごとに対応するメモリ(図示せず)に上記強度信号 b の計数値を記憶する。この記憶された計数値は、つまり反射X線84の強度は、第2の入射角度 θ が前述のBraggの式を満足したときに、反射X線84が発生するので、第3図のように、回転角に対してピーク値を有している。

第1図の上記計数手段14は、強度信号 b を入射角度検知手段21に出力する。この入射角度検知手段21は、上記強度信号 b を回転角で微分演算して、

られており、試料表面W5の波うちや粗さにより変化する第1の入射角度 α が、上記回転装置32によって、後述するように所定値(たとえば 0.05°)に設定される。

上記一次X線81の一部は、反射X線82となって、上記第1の入射角度 α と同一の角度 α で反射され、分光結晶10に第2の入射角度 θ で入射する。

分光結晶10は、たとえば水晶の単結晶からなり、上記反射X線82を受けて、これを第2の入射角度 θ と同一の回折角 θ で回折させ、反射X線(回折X線)84を出射する。この反射X線84は、上記第2の入射角度 θ がBraggの式を満足する角度であるときにのみ出射される。上記反射X線84は反射X線検出器11に入射して、X線強度が検出される。

上記分光結晶10および反射X線検出器11は、ゴニオメータ12に取り付けられて回転され、これによって反射X線82の分光結晶10への入射角度 θ が連続的に変化する。ここで、反射X線82と反射X線84とのなす分光角度は 2θ なので、ゴニオメータ12は、分光結晶10の回転角の2倍の角度で反射

角分値が0となったところをピーク値と判断し、第3図のピーク値を示すピーク回転角 θ_1 を求める。第1図の入射角度検知手段21は、上記ピーク回転角 θ_1 をピーク角度信号 θ_1 として、演算手段22に出力する。上記入射角度検知手段21および演算手段22は、たとえばマイクロコンピュータ20に内蔵されている。

上記演算手段22には、基準角度設定器15からの基準角度信号 θ_0 が入力される。この基準角度 θ_0 は、実際の第1の入射角度 α が所定値のときに、第2の入射角度 θ がBraggの式を満足する角度となる分光結晶10の回転角であり、基準角度設定器15に記憶されている。上記演算手段22は、基準角度信号 θ_0 とピーク角度信号 θ_1 とを比較し、つまり、第3図の基準角度 θ_0 と上記ピーク回転角 θ_1 を比較し、その角度差 $\Delta\theta$ を求め、この角度差 $\Delta\theta$ に対応する入射角度差 $\Delta\alpha$ を、第1図の入射角度差信号 d として試料台調節器31に出力する。ここで、第2図のように、試料表面W5の波うちによって第1の入射角度 α が $\Delta\alpha$ だけ変化

特開平 3-246452 (4)

すると、反射X線B2の反射方向が $2\Delta\alpha$ だけ変化し、分光結晶10への第2の入射角度 θ も $2\Delta\alpha$ だけ変化する。したがって、上記角度差 $\Delta\theta$ と、第1の入射角度 α の変化 $\Delta\alpha$ とは、比例関係にある。

第1図の上記試料台制御器31と上記回動装置32とで、この発明の入射角度調節手段30が構成されている。試料台制御器31は、上記入射角度差信号dに基づき回動装置32をサーボ駆動し、入射角度差 $\Delta\alpha$ だけ試料台40を回動させて、実際の第1の入射角度 α を所定値に設定する。

多波長高分析器61は、上記入射角度 α の所定値への設定完了を、たとえば回動装置32の停止を確認するような方法で検知したのちに、試料台制御器31からのスタート信号で作動を開始し、蛍光X線検出器60からの分析信号xをエネルギーごとに計数する。この計数値により、試料表面55層の元素が分析される。

つぎに、上記構成の動作を説明する。

まず、試料Wを試料台40上に載置して、X線源51からの一次X線B1を試料Wに照射する。試料W

は、この入射角度差信号dに対応する角度 $\Delta\alpha$ だけ回動装置32を作動させ、試料台40および試料Wを回動させて、実際の第1の入射角度 α を所定値に設定する。

こうして入射角度 α の設定が完了すると、この完了を試料台制御器31が検知し、試料台制御器31からのスタート信号で、蛍光X線検出器60および多波長高分析器61が、測定・分析を開始する。

上記構成によれば、第2図のように試料Wに被うちがあっても、実際の第1の入射角度 α を所定値にすることができる。したがって、一次X線B1の入射角度 α を所定の微小角度に保つことができる。

ところで、上記実施例では、第1図の分光結晶10および反射X線検出器11を備えたゴニオメータ12を用いたが、この発明では必ずしもゴニオメータを用いる必要はない。この一例を第4図の第2の実施例に示す。

第4図において、反射X線検出器11は、反射X線B2の出射方向に対向して配属されている。この

に照射された一次X線B1の一部は、試料Wに全反射されて反射X線B2として、分光結晶10に入射する。一方、ゴニオメータ12を駆動して、分光結晶10および反射X線検出器11を回転させながら、分光角検出手段13からの回転角信号aと、反射X線B4の強度信号bに基づいて、入射角度検出手段21が、第3図の反射X線B4の強度が最大となるピーク回転角 θ_1 を検知する。

ここで、この実施例では、第1図の第2の入射角度 θ ではなく、分光角度 2θ の変化に対する反射X線B4の強度変化を求めて微分演算することにより、ピーク回転角 θ_1 を求めている。そのため、第2の入射角度 θ の変化を2倍に拡大して、つまり、第1の入射角度 α の微小な変化を4倍に拡大して検出することができるから、検出精度が向上する。

ついで、演算手段22がピーク角度信号 θ_1 と基準角度設定器15からの基準角度信号 θ_0 とを比較して、その角度差 $\Delta\theta$ に対応した入射角度差信号dを試料台制御器31に出力する。試料台制御器31

反射X線検出器11の前方には、2枚のスリット41、42を離隔させて対向配置してなる平行光学系43が固定されている。反射X線検出器11は、検出器回動装置44によって、一次X線B1の入射位置Pを中心に回動自在に支持されている。回転角検出手段13Aは、上記検出器回動装置44による反射X線検出器11の回転角を検出するもので、第1図の分光角検出手段13に相当するものである。その他の構成は上記第1の実施例と同様であり、同一部分または相当部分に同一符号を付して、その詳しい説明を省略する。

第4図の実施例では、2枚のスリット41、42からなる平行光学系43が、反射X線検出器11の前方に設けられているので、反射X線検出器11が一次X線B1の入射位置Pに真正面から対向しているときに、反射X線B2が反射X線検出器11に入射する。したがって、この反射X線検出器11からの強度信号bと回転角信号aに基づいて、前述と同様に入射角度差 $\Delta\alpha$ を検知することができ、第1の実施例と同様に一次X線B1の実際の入射角度 α を所定

特開平3-246452 (5)

値に保つことができる。

なお、上記実施例では、反射X線検出器11を検出器回転装置44によって回転させたが、必ずしも、そうする必要はない。つまり、入射角度 α が所定値になった場合に対応する位置に予め反射X線検出器11および平行光学系43を固定しておき、試料台40の回転装置32を回転させて、回転装置32の回転角を回転角検出手段13によって検出し、これを計数手段14に出力して、最大のX線強度が得られる回転角を検出し、この回転角の位置に回転装置32を設定するようにしてもよい。

また、上記各実施例では、回転装置32によって試料台40および試料Wを回転させたが、この発明では照射装置50の平行光学系52を回転装置によって回転させて、実際の第1の入射角度 α を所定値に設定してもよい。

(発明の効果)

以上説明したように、この発明によれば、試料表面の波うちや粗さに拘わらず、一次X線の入射角度を微小な所定の角度に保つことができるから、

オノーク、21…入射角度検知手段、22…演算手段、30…入射角度調節手段、32…回転装置、40…試料台、50…照射装置、60…蛍光X線検出器、B1…一次X線、B2、B4…反射X線、B3…蛍光X線、 $\Delta\alpha$ …入射角度差、 α …一次X線(第1)の入射角度、W…試料、Ws…試料表面。

特許出願人 理學電機工業株式会社
代理人 弁理士 杉本啓司 (外1名)

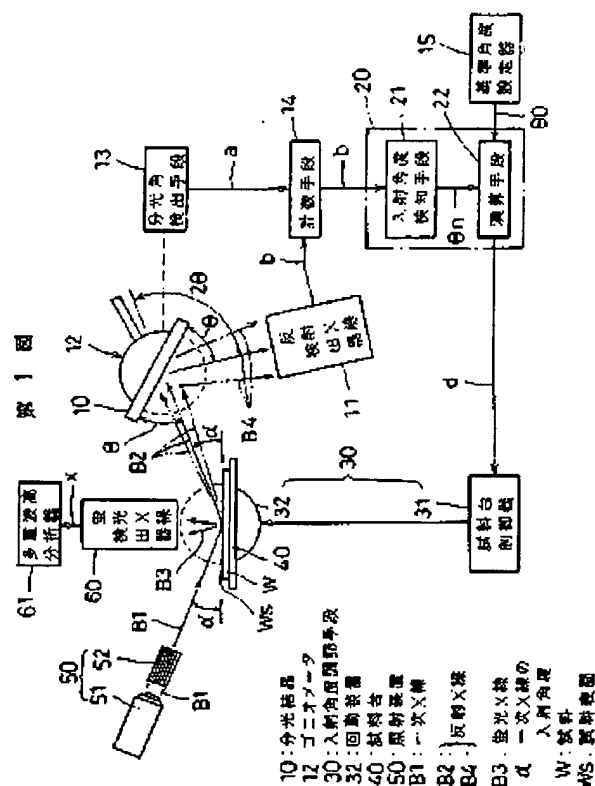
入射角度が過大となって、試料の表面層ではなく内部から蛍光X線や散乱X線が発生するのを防止できるとともに、入射角度が過小となって試料の表面の粗度に過敏となるのを防止できるので、試料表面の分析精度が向上する。

特に、請求項(2)の発明では、分光結晶からの反射X線を検出する反射X線検出器を、分光結晶の回転角の2倍の角度だけ回転させて、一次X線の入射角度の変化を検出しているの、入射角度の微小な変化を拡大して検出することができ、したがって、分析精度が一層向上する。

4. 図面の簡単な説明

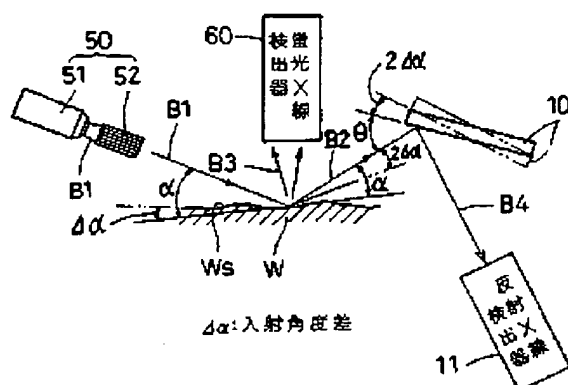
第1図はこの発明の第1の実施例を示す全反射蛍光X線分析装置の概略構成図、第2図は一次X線の入射角度の変化を示す拡大図、第3図は分光結晶の回転角度と反射X線の強度との関係を示す特性図、第4図は第2の実施例を示す全反射蛍光X線分析装置の概略構成図、第5図は従来例を示す概略構成図、第6図は試料表面の拡大図である。

10…分光結晶、11…反射X線検出器、12…ゴニ

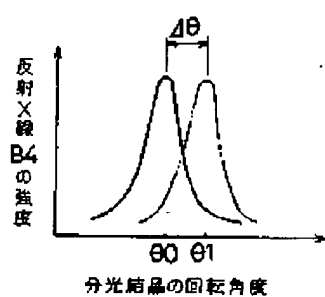


特開平 3-246452 (6)

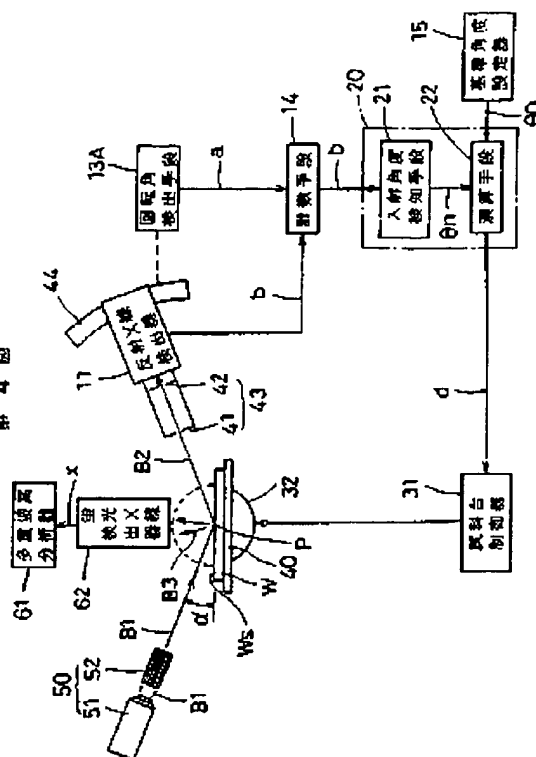
第 2 図



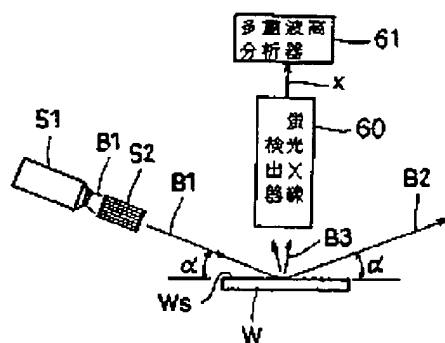
第 3 図



第 4 図



第 5 図



第 6 図

